

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-189319

(43)Date of publication of application : 21.07.1998

(51)Int.Cl.

H01F 1/06  
B22F 1/00  
C22C 38/00  
H01F 1/053  
H01F 1/08

(21)Application number : 08-355016

(22)Date of filing : 20.12.1996

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD

(72)Inventor : IKEGAMI TAKASHI  
HIROZAWA SATORU

## (54) MANUFACTURE OF MATERIAL POWDER FOR ANISOTROPIC PERMANENT MAGNET

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily manufacture an anisotropic permanent magnet of high magnetic characteristics, by mixing fine and coarse powder of magnetic anisotropy obtained by hydrogen treatment method to obtain material powder, and making a magnet powder higher density by a molding method of relatively low pressure.

SOLUTION: In a method for manufacturing an R-T-(M)-B permanent magnet (rare earth element comprising R: Y, T: Fe or Co, M: Al, Ti, V, Cr, Ni, Ga, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Hf, Ta, W, Cu), with the use of the powder obtained by crushing magnet powder, of magnetic anisotropy, obtained by hydrotreating into fine powder of average particle size 10-40 $\mu$ m and coarse powder of average particle size 75-250 $\mu$ m, followed by mixing of 5-30wt.% of fine powder and 70-95wt.% of coarse powder, a permanent magnet of high magnetic characteristics is manufactured easily under a low molding-pressure, by bond magnet molded by resin-mixture, hot press, molding method with compression molding and direct energizing, and a molding method HIP and the like.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-189319

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月21日

(51) IntCl <sup>4</sup>	識別記号	F I	
H 0 1 F 1/06		H 0 1 F 1/06	A
B 2 2 F 1/00		B 2 2 F 1/00	Y
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/00	3 0 3 D
H 0 1 F 1/053		H 0 1 F 1/04	H
1/08		1/08	A
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 11 頁)			

(21) 出願番号 特願平8-355016

(22) 出願日 平成8年(1996)12月20日

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 池上 尚

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 広沢 哲

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 弁理士 押田 良久

(54) 【発明の名称】 異方性永久磁石用原料粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 R-T-M-B系磁石粉末を圧縮圧力と直接通電により成形したり、ホットプレスやHIPなどの比較的低压による成形において、磁石粉末を高密度化して、高い磁気特性の異方性永久磁石を製造性よく得ることが可能なR-T-M-B系永久磁石用原料粉末の製造方法の提供。

【解決手段】 R-T-(M)-B系永久磁石を製造する方法において、水素処理法によって得られた磁氣的異方性を有する磁石粉末を平均粒度10 $\mu$ m~40 $\mu$ mの微粉碎粉と平均粒度75 $\mu$ m~250 $\mu$ mの粗粉碎粉に粉碎後、前記微粉碎粉と粗粉碎粉をそれぞれ5~30重量%と70~95重量%混合した高性能化が可能な異方性永久磁石用原料粉末となし、圧縮成型する際に直接通電を行ったり、ホットプレスやHIPなどの比較的低压による成形において、製造性よく磁石粉末を高密度化して、高い磁気特性の異方性永久磁石を容易に製造することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 R:10~20at% (R:Yを含む希土類元素の少なくとも1種で、PrまたはNdの1種または2種をRのうち50at%以上含有)、T:67~85at% (T:FeまたはFeの一部を50at%以下のCoで置換)、M:0.05~10at% (M:Al, Ti, V, Cr, Ni, Ga, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Hf, Ta, W, Cu)、B:4~10at%からなる合金鋳塊を粗粉碎して平均粒度が50 $\mu$ m~5000 $\mu$ mの、少なくとも80vol%以上が正方晶構造Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物からなる粗粉碎粉となした後、水素処理をして、得られる平均結晶粒径が0.05 $\mu$ m~1 $\mu$ mである磁氣的に異方性を持つ再結晶組織の集合体からなる合金粉末を粉碎して、平均粒度10 $\mu$ m~40 $\mu$ mの微粉碎粉と平均粒度75 $\mu$ m~250 $\mu$ mの粗粉碎粉とし、前記微粉碎粉5~30重量%と、粗粉碎粉70~95重量%を混合する異方性永久磁石用原料粉末の製造方法。

【請求項2】 水素処理において、10kPa~1000kPaのH<sub>2</sub>ガス中で、600℃~750℃の温度域を昇温速度10℃/min~200℃/minで昇温し、さらに750℃~900℃に15分~8時間加熱保持し、組織をR水素化合物、T-B化合物、T相、R<sub>2</sub>T<sub>14</sub>B化合物の少なくとも4相の混合組織とした水素不均化処理後、さらにArガスまたはHeガスによる絶対圧10Pa~50kPaの減圧気流中にて700℃~900℃に5分~8時間の保持をする脱H<sub>2</sub>処理を行うことを特徴とする請求項1記載の異方性永久磁石用原料粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、各種モーター、アクチュエーター等に用いることが可能なR(希土類元素)-T(鉄属元素)-M-B系の異方性永久磁石原料粉末に係り、R-T-M-B系合金鋳塊を粗粉碎し、さらに水素処理にて得られえた再結晶集合組織からなる合金粉末を粉碎し、得られた微粉碎粉と粗粉碎粉を所定比で混合することにより、高い磁気特性を得たボンド磁石、直接通電を伴う圧縮成形やホットプレス成形による永久磁石用の原料粉末を製造する異方性永久磁石用原料粉末の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】R-T-B系磁石粉末を成形する方法としては、樹脂などの異種材料をバインダーとして使用し任意の形状に成形する、ボンド磁石として発展した。このボンド磁石の製造方法は、R-T-B系原料母合金をメルトスパンすることによって得られる、等方性の粉末を樹脂バインダーと混合し、成形したものである。このようなR-T-B系の等方性のボンド磁石は、磁気特性は低い様々な形状、特にラジアルリングなどの薄肉品

などに対応できる上、比較的容易に製造でき、成形後加工(ネットシェイプ成形)する必要がないという利点がある。

【0003】R-T-B系等方性のボンド磁石は、種々の形状に容易に対応できるという特色のために年々製造量が増え、いろいろな用途や品種に用いられている。このR-T-B系等方性のボンド磁石の磁気特性を向上させる方法としては、例えば、特開平3-234002号公報や特公平4-40842号公報に開示されるように、粒度分布を2 $\mu$ m~500 $\mu$ mもしくは10 $\mu$ m~500 $\mu$ mに調整し、ボンド磁石の密度を向上させることが提案されている。

【0004】また、さらなる磁気特性の向上を求めようとする、磁氣的に等方性の前記メルトスパン粉末のかわりに、特開平5-163509号公報に開示されているような水素処理によって得られる磁氣的異方性を有する再結晶組織の集合体からなる粉末を用いることが提案され、ホットプレス(特開平4-247604号公報)や直接通電と圧縮成形による成形方法(特開平6-196344号公報)が開示されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】先に挙げたような磁石粉末をネットシェイプする方法のうち、従来のメルトスパン粉末を樹脂バインダーで混合したボンド磁石では、磁石粉末の粒度を2 $\mu$ m~500 $\mu$ mもしくは10 $\mu$ m~500 $\mu$ mの前記粒度分布に調整しても、得られる最大エネルギー積はたかだか70~80kJ/m<sup>3</sup>の磁気特性であり、必要十分な磁気特性が得られないという問題があった。

【0006】そこで成形に用いる磁石粉末を、磁氣的異方性を有する粉末にすることが提案された。樹脂バインダーを用いるボンド磁石に磁氣的異方性を有する粉末を用いると、磁界中で配向しながら、圧縮成形を行うこととなる。しかし、ボンド磁石は成形圧力を7GPa程度にして高密度化しないと高い最大エネルギー積が得られないが、圧縮圧力をさらに高くすると成形時に配向が乱れ、高い密度の磁石体が得られても結果として磁気特性が低くなってしまうという問題があった。

【0007】磁石粉末を成形する方法としては、この樹脂バインダーを用いる方法のほかにホットプレス、直接通電と圧縮成形による成形法、HIPなどがある。これらの成形方法はいずれも加熱して圧力を加える方法である。よって、ホットプレスや直接通電と圧縮圧力による方法では、パンチとダイは高温での強度に限界があるために、又HIPでは、圧力容器の高温での強度に限界があるために、通常の一軸プレスのような高い圧力をかけることができない。

【0008】そこで、磁氣的異方性を有する磁石粉末を加熱しながら成形する、例えば直接通電と圧縮成形によって磁石体とする場合、低い密度によって生じる磁石体

内の空間を埋め、高密度化する方法として、等方性のメルトスパン粉体等の充填材を予め粉末に混合する方法がある。このような充填材を混合して圧縮圧力と直接通電によって成形すると、 $7.5 \text{ g/cm}^3$ 程度の高い密度が得られるが、等方性の粉末を混ぜるために、磁気特性としては低く、 $140 \text{ kJ/m}^3$ 程度の最大エネルギー積しか得られないという欠点があった。

【0009】この発明は、高い磁気特性が得られるR-T-M-B系永久磁石を目的に、高性能化が可能な異方性磁石粉末を使用することを想定し、R-T-M-B系磁石粉末を圧縮圧力と直接通電によって成形したり、ホットプレスやHIPなどの比較的低压による成形において、磁石粉末を高密度化して、高い磁気特性の異方性永久磁石を製造性よく得ることが可能なR-T-M-B系永久磁石用原料粉末の製造方法の提供を目的としている。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】発明者らは、磁石粉末を直接バルク化したり、ホットプレスやHIPなどの比較的低压による成形において、磁石粉末を高密度化、高性能化が可能な異方性磁石粉末を目的に種々検討した結果、高い磁気特性を得るために原料磁石粉末として、水素処理によって得られた磁気異方性を有する再結晶組織の集合体からなる磁石粉末を使用し、低い成形圧力で異方性の磁石粉末を高密度化するために、使用する磁気的異方性を有する磁石粉末の粒度分布として、平均粒度の異なる粗粉碎粉と微粉碎粉を混合することで、樹脂バインダーを用いるボンド磁石やホットプレス、HIPなど様々な成形方法において、低い成形圧力でも配向がほとんど乱れることなく高密度化できることを知見し、この発明を完成した。

【0011】さらに、発明者らは、水素処理の脱水素条件によって磁石粉末の保磁力を制御できることを知見し、混合する微粉碎粉の保磁力を $0.65 \text{ MA/m}$ 以下、また粗粉碎粉の保磁力を $0.80 \text{ MA/m}$ 以上とすることで成形時の配向の乱れが最小限に抑制できることを見出した。

【0012】すなわち、この発明は、 $R: 10 \sim 20 \text{ at}\%$  ( $R: Y$ を含む希土類元素の少なくとも1種で、 $Pr$ または $Nd$ の1種または2種を $R$ のうち $50 \text{ at}\%$ 以上含有)、 $T: 67 \sim 85 \text{ at}\%$  ( $T: Fe$ または $Fe$ の一部を $50 \text{ at}\%$ 以下の $Co$ で置換)、 $M: 0.05 \sim 10 \text{ at}\%$  ( $M: Al, Ti, V, Cr, Ni, Ga, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Hf, Ta, W, Cu$ )、 $B: 4 \sim 10 \text{ at}\%$ からなる合金鑄塊を粗粉碎して平均粒度が $50 \mu\text{m} \sim 5000 \mu\text{m}$ の、少なくとも $80 \text{ vol}\%$ 以上が正方晶構造 $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物からなる粗粉碎粉となした後、水素処理をして、得られる平均結晶粒径が $0.05 \mu\text{m} \sim 1 \mu\text{m}$ である磁気的に異方性を持つ再結晶組織の集合体からなる合金粉末を粉

砕して、平均粒度 $10 \mu\text{m} \sim 40 \mu\text{m}$ の微粉碎粉と平均粒度 $75 \mu\text{m} \sim 250 \mu\text{m}$ の粗粉碎粉とし、微粉碎粉 $5 \sim 30 \text{ 重量}\%$ と粗粉碎粉 $70 \sim 95 \text{ 重量}\%$ を混合する異方性永久磁石用原料粉末の製造方法である。

【0013】またこの発明は、前記水素処理において、 $10 \text{ kPa} \sim 1000 \text{ kPa}$ の $H_2$ ガス中で、 $600^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$ の温度域を昇温速度 $10^\circ\text{C/min} \sim 200^\circ\text{C/min}$ 以上で昇温し、さらに $750^\circ\text{C} \sim 950^\circ\text{C}$ に15分 $\sim$ 8時間加熱保持し、組織を $R$ 水素化物、 $T-B$ 化合物、 $T$ 相、 $R_2T_{14}B$ 化合物の少なくとも4相の混合磁石組織とした水素不均化処理後、さらに $Ar$ ガスまたは $He$ ガスによる絶対圧 $10 \text{ Pa} \sim 50 \text{ kPa}$ の減圧気流中にて $700^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ に5分 $\sim$ 8時間の保持をする脱 $H_2$ 処理を行うことを特徴とする異方性永久磁石用原料粉末の製造方法である。

#### 【0014】

##### 【発明の実施の形態】

##### 組成の限定理由

この発明に使用する原料合金に用いる $R$ すなわち希土類元素 $R$ は、 $Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu$ が包括され、このうち少なくとも1種以上で、 $Pr, Nd$ のうち少なくとも1種または2種を $R$ のうち $50 \text{ at}\%$ 以上含有し、さらに $R$ の全てが $Pr, Nd$ のうち1種または2種の場合がある。 $R$ の $50 \text{ at}\%$ 以上を $Pr, Nd$ のうち少なくとも1種以上とするのは、 $50 \text{ at}\%$ 未満では十分な磁化が得られないためである。

【0015】 $R$ は、 $10 \text{ at}\%$ 未満では $\alpha Fe$ 相の析出により保磁力が低下し、また $20 \text{ at}\%$ を超えると、目的とする正方晶 $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物以外に、 $R$ リッチの第2相が多く析出し、この第2相が多すぎると合金の磁化を低下させる。従って、 $R$ の範囲は $10 \sim 20 \text{ at}\%$ とする。

【0016】 $T$ は鉄属元素であって、 $Fe, Co$ を包含する。 $T$ が $67 \text{ at}\%$ 未満では低保磁力、低磁化の第2相が析出して磁気的特性が低下し、また $85 \text{ at}\%$ を超えると $\alpha Fe$ 相の析出により保磁力、角型性が低下するため、 $T$ は $67 \sim 85 \text{ at}\%$ とする。

【0017】また、 $Fe$ のみでも必要な磁気的性質は得られるが、 $Co$ の適量の添加は、キュリー温度の向上に有用であり、 $Co$ は必要に応じて添加できる。 $Fe$ と $Co$ の原子比において $Fe$ が $50\%$ 以下となると $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物の飽和磁化そのものの減少量が大きくなってしまいうため、 $T$ のうち原子比で $Fe$ を $50\%$ 以上とした。

【0018】添加元素 $M$ の効果は、水素不均化時に母相の分解反応を完全に終了させずに、母相、すなわち $R_2T_{14}B$ 相を安定化して故意に残存させるのに有効な元素が望まれる。特に顕著な効果を持つものとして、 $Ni, Ga, Zr, Hf$ がある。

【0019】また、Mのうち、Al、Ni、Ga、Zr、In、Sn、Hfは、脱H<sub>2</sub>処理時の再結晶粒を0.1 $\mu$ m~1 $\mu$ mのサイズにまで成長させ、粉末に磁気異方性を付与するのに有用な元素である。さらに、Ti、V、Cr、Nb、Mo、Ta、W、Cuは、脱H<sub>2</sub>処理時の再結晶粒が、1 $\mu$ m以上に粗大化するのを防止し、結果として保磁力が低下するのを抑制する効果を有する。

【0020】従って、Mとしては、上記の元素を目的に応じて組み合わせて用いることが得策である。添加量は、0.05at%未満では効果がなく、また10at%を超えると強磁性でない第2相が析出して磁化を低下させることから、Mは0.05at%以上10at%以下とした。

【0021】Bは、正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を安定して析出させるために必須の元素である。添加量は4at%未満では、R<sub>2</sub>Ti<sub>17</sub>相が析出して保磁力を低下させ、また減磁曲線の角型性が著しく損なわれる。また、10at%を超えて添加した場合は、磁化の小さい第2相が析出して粉末の磁化を低下させる。従って、Bは4~10at%とした。

【0022】この発明において、粗粉碎粉の80vol%以上が正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物としたのは、該化合物が80vol%未満であると磁気特性が低下する。より具体的には、混在する第2相が $\alpha$ Fe相の場合は保磁力を低下させ、リッチ相やBリッチ相の場合には磁化が低下するため、正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の存在比を80vol%以上とした。

【0023】体積比で80%以上の正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物を有する粗粉碎を得るためには、合金の鑄塊を900℃~1200℃の温度で1時間以上焼鈍するか、造塊工程で鑄型の冷却速度を制御するなどの方法を適宜選定すると良い。

#### 【0024】製造条件の限定理由

水素処理法は、所要粒度の粗粉碎粉が外観上その大きさを変化させることなく、極微細な再結晶組織の集合体が見られることを特徴とする。すなわち、正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物に対し、高温、実際上は600℃~900℃の温度範囲でH<sub>2</sub>ガスと反応させる水素不均化処理によって、RH<sub>2</sub>m<sub>3</sub>、 $\alpha$ Fe、Fe<sub>2</sub>Bなどに相分離し、さらに同温度域でH<sub>2</sub>ガスを脱H<sub>2</sub>処理により除去すると、再度正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の再結晶組織が得られる。

【0025】しかしながら、現実には、水素不均化処理条件によって分解生成物の結晶粒径、反応の度合いが異なり、水素不均化状態の金属組織は、水素不均化温度750℃未満と750℃以上とで明らかに異なる。この金属組織上の違いが、脱水素処理を行った後の磁粉の磁気的性質に大きく影響する。

【0026】さらに、脱水素化処理条件によって、正方

晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の再結晶状態が大きく影響を受け、水素処理法によって作製した磁性粉の磁気的性質、特に保磁力に大きく影響する。また逆に、適正な範囲内で脱水素化処理条件を選択することによって、保磁力を制御することができる。

【0027】出発原料の粗粉碎法は、従来の機械的粉碎法やガスアトマイズ法の他、H<sub>2</sub>吸蔵による、いわゆる水素粉碎法を用いてもよく、工程の簡略化のためにこの水素粉碎による粗粉碎工程と、極微細再結晶を得るための水素処理法を同一装置内で連続して行っても良い。

【0028】この発明において、粗粉碎粉の平均粒度を50 $\mu$ m~5000 $\mu$ mに限定したのは、50 $\mu$ m未満では粉末の酸化による磁性劣化の恐れがあり、また5000 $\mu$ mを超えると水素処理によって大きな磁気異方性を持たせることが困難となるからである。

【0029】この発明において、H<sub>2</sub>ガス中での加熱に際し、H<sub>2</sub>ガス圧力が10kPa未満では前述の分解反応が十分に進行せず、また1000kPaを超えると処理設備が大きくなりすぎ、工業的にコスト面、また安全面で好ましくないため、圧力範囲を10~1000kPaとした。さらに好ましい圧力範囲は50~150kPaである。

【0030】H<sub>2</sub>ガス中での加熱処理温度は、600℃未満ではRH<sub>2</sub>m<sub>3</sub>、 $\alpha$ Fe、Fe<sub>2</sub>Bなどへの分解反応が起こらない。また、600℃~750℃の温度範囲では分解反応がほぼ完全に進行してしまい、分解生成物中に適量のR<sub>2</sub>Ti<sub>14</sub>B相が残存せず、脱水素処理後に磁気的、また結晶方位的に充分な異方性が得られない。また900℃を超えるとRH<sub>2</sub>m<sub>3</sub>が不安定となり、かつ生成物が粒成長して正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物極微細結晶組織を得ることが困難になる。

【0031】水素不均化の温度範囲が750℃~900℃の領域であれば、脱水素時の再結晶反応の核となるR<sub>2</sub>Ti<sub>14</sub>B相が分散して適量残存するため、脱水素後のR<sub>2</sub>Ti<sub>14</sub>B相の結晶方位が残存R<sub>2</sub>Ti<sub>14</sub>B相によって決定され、結果的に再結晶組織の結晶方位が原料インゴットの結晶方位と一致し、少なくとも原料インゴットの結晶粒径の範囲内では大きな異方性を示すことになる。従って、水素不均化処理の温度範囲を750~900℃とする。

【0032】また、加熱処理時の保持時間については、上記の分解反応を充分に行わせるためには15分以上必要であり、また、8時間を超えると残存R<sub>2</sub>Ti<sub>14</sub>B相が減少するため、脱水素後の異方性が低下するので好ましくない、よって、15分~8時間の加熱保持とする。

【0033】H<sub>2</sub>ガス中での昇温速度を所定範囲に保持することはこの発明において最も重要な工程である。すなわち、昇温速度が10℃/min未満であると、昇温過程で600℃~750℃の温度域を分解反応が進行しながら通過するために、完全に分解して母相すなわちR

2T<sub>14</sub>B相が残存せず、脱水素処理後の磁氣的及び結晶方位的異方性がほとんど失われてしまう。また、多量に処理を行う場合は、大きな反応熱のために局部的に最適処理温度範囲を超える場合があり、そのために実用的な保磁力が得られない場合がある。

【0034】かかる昇温速度を10℃/min以上にすれば、600℃～750℃の領域で反応が十分に進行せず、母相を残存したまま750℃～900℃の水素不均化温度域に達するため、脱水素処理後に磁氣のおよび結晶方位的に大きな異方性を持った粉末を得ることができる。また、750℃～900℃の温度域における分解反応時の反応熱による温度上昇は小さく、多量処理時でも実用的な保磁力が得易い。従って、昇温速度は、750℃以下の温度域において、10℃/min以上とする必要がある。

【0035】また、200℃/minを越える昇温速度は、赤外線加熱炉等を用いても実質的に実現困難であり、また可能であっても設備費が過大となるので好ましくない、よって、昇温速度を10℃/min～200℃/minとする。

【0036】この発明の脱H<sub>2</sub>処理は、Arガス又はHeガスの減圧気流中にて行うが、これによって原料の周囲の実質的なH<sub>2</sub>分圧をR水素化合物の平衡水素解離圧、例えばNdH<sub>2</sub>では850℃で1kPa程度となり、脱H<sub>2</sub>反応は徐々に進行する。

【0037】雰囲気をArガス又はHeガスに限定したのは、コスト面でArガスが使いよく、またH<sub>2</sub>ガスの置換性や温度制御の点からHeガスが使いよいことによる。さらに、不活性ガスとして一般的なN<sub>2</sub>ガスは希土類系化合物と反応して窒化物を形成するため不適当であり、また他の希ガスでは性能上のメリットがなくコストの面でも不利である。

【0038】この発明の脱H<sub>2</sub>処理時の雰囲気絶対圧は、10Pa未満では脱H<sub>2</sub>反応が急激に起こり、化学反応による温度が大きく低下し、さらに脱H<sub>2</sub>反応が急激すぎるために冷却後の磁性粉の組織に粗大な結晶粒が混在して保磁力が大きく低下するため好ましくなく、また50kPaを超えると、脱H<sub>2</sub>反応に時間がかかりすぎて実用上問題となるため、絶対圧10Pa～50kPaの範囲とする。この範囲で圧力を設定すると保磁力を制御することができる。

【0039】また、脱H<sub>2</sub>処理を減圧分流中で行うのは脱H<sub>2</sub>反応によって、原料から放出されるH<sub>2</sub>ガスによって、炉内圧力が上昇するのを防止するためである。実用上は、一方から不活性ガスを導入しながら、他方から真空ポンプで排気し、圧力の制御は、供給口、排気口のそれぞれに取り付けられた流量調節弁を用いて行うとよい。

【0040】この発明において、脱H<sub>2</sub>処理の温度が700℃未満では、RH<sub>2</sub>相からのH<sub>2</sub>の離脱が起こら

ないか、正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の再結晶が充分進行しない。また、900℃を超えると正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物は生成するが、再結晶粒が粗大に成長し、高い保磁力が得られない。そのため、脱H<sub>2</sub>処理の温度範囲は700℃～900℃とする。

【0041】また、加熱処理保持時間は、処理設備の排気能力にもよるが、上記の再結晶反応を充分に行わせることも重要であり、少なくとも5分以上保持する必要があるが、2次的な再結晶反応によって結晶が粗大化すれば保磁力の低下を招くので、できる限り短時間の方が好ましい。そのため、5分～8時間の加熱保持で充分である。

【0042】脱H<sub>2</sub>処理は、原料の酸化防止の観点から、また処理設備の熱効率の観点で、水素化処理に引き続いて行うのがよいが、水素不均化処理後、一旦原料を冷却して、再び改めて脱H<sub>2</sub>のための熱処理を行っても良い。

【0043】脱H<sub>2</sub>処理後の正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の再結晶粒径は実質的に0.05μm以下の平均再結晶粒径を得ることは困難であり、また、たとえ得られたとしても磁気特性上の利点がない。一方、平均再結晶粒径が1μmを超えると、粉末の保磁力が低下するため好ましくない。そのため、平均再結晶粒径を0.05μm～1μmとした。

【0044】水素処理によって得られた再結晶組織の集合体からなる磁石粉末を粉碎する方法としては、通常の機械粉碎法あるいは水素を吸蔵させ、自然崩壊させる粉碎方法でもよい。磁石体を成形するための粉末の粒度分布は、粗い粉末が作る隙間を細かい粉末が埋めるようにこの発明では、平均粒度10μm～40μmの微粉碎粉を5～30重量%と、平均粒度75μm～250μmの粗粉碎粉を70～95重量%混合したものとする。

【0045】微粉碎粉の平均粒度を10μm～40μmとしたのは、平均粒度が10μm未満では粒度が細かすぎるために、粉末が自身の表面エネルギーを減少させようとして微粉碎粉同士が凝集し、密度の低い凝集粒子を形成してしまうからである。また、平均粒度が40μmを超えると微粉碎粉として粗粉碎粉の隙間に入らなくなるために40μm以下とした。

【0046】粗粉碎粉の平均粒度を75μm～250μmとしたのは、平均粒度が75μm未満では平均粒度10μm以上の微粉碎粉が入る隙間が極端に少なくなり、微粉碎粉を混合する意味がない。また、平均粒度が250μmを超えると、小型磁気部品として精密成形する際に大きすぎて好ましくないからである。

【0047】粉末の混合比において、微粉碎粉を5～30重量%、粗粉碎粉を70～95重量%としたのは、微粉碎粉が5%未満すなわち粗粉碎粉が95%を超えると粗粉碎粉の隙間に入る量が少ないために成形時の密度が向上しない。また、微粉碎粉が30重量%を超える、す

なわち粗粉碎粉が70%未満では、微粉碎粉が粗粉碎粉の隙間に入る量より多くなるために微粉碎粉を30重量%以上入れても効果がない。よって微粉碎粉の混合比を5~30重量%、粗粉碎粉を70~95重量%とした。

【0048】また、粉末の磁気特性は特に限定しないが、微粉碎粉の間で容易に配向させるために微粉碎粉の保磁力として0.65MA/m以下、粗粉碎粉の保磁力が0.80MA/m以上であることが好ましい。

【0049】磁石体の製造方法この発明の混合磁石粉末を用いて異方性永久磁石の磁石体を得るには、樹脂バインダーを用いるボンド磁石、ホットプレス、直接通電と圧縮成形による方法、HIPなどの公知のいずれの技術を用いることができる。

【0050】この発明による混合磁石粉末を用いてボンド磁石とするには、以下に示す圧縮成形、射出成形、押し出し成形、圧延成形、樹脂含浸法など公知のいずれの製造方法であってもよい。

【0051】圧縮成形の場合は、磁性粉末に熱硬化性樹脂、カップリング剤、滑剤などを添加混練した後、圧縮成形して加熱樹脂を硬化して得られる。また、樹脂の代

わりにZn、Al等の低融点金属を用いてもよい。

【0052】射出成形、押し出し成形、圧延成形の場合は、磁性粉末に熱可塑性樹脂、カップリング剤、滑剤などを添加混練した後、射出成形、押し出し成形、圧延成形のいずれかの方法にて成形して得られる。

【0053】樹脂含浸法においては、磁性粉末を圧縮成形後、必要に応じて熱処理をした後、熱硬化性樹脂を含浸させ、加熱して樹脂を硬化させて得る。また、混合磁石粉末を圧縮成形後、必要に応じて熱処理をした後、熱可塑性樹脂を含浸させて得る。

【0054】この発明において、ボンド磁石中の磁性粉末の重量比は、前記製法により異なるが、70~99.5wt%であり、残部の0.5~30wt%が樹脂その他である。圧縮成型の場合、混合磁石粉末の重量比は95~99.5wt%、射出成形の場合、混合磁石粉末の充填率は90~95wt%、樹脂含浸法の場合、混合磁石粉末の重量比は、96~99.5wt%が好ましい。

【0055】樹脂としては、熱硬化性、熱可塑性のいずれの性質を有するものも利用できるが、熱的に安定な樹脂が好ましく、例えば、ポリアミド、ポリイミド、フェノール樹脂、弗素樹脂、けい素樹脂、エポキシ樹脂などを適宜選定できる。

【0056】また、圧縮圧力と直接通電による成形とは、通常の一軸プレスにおいて、導電性のパンチと非導電性のダイ、もしくは非導電性のパンチと導電性のダイによって構成され、粉体に直接通電することによってジュール熱を発生させ、温間成形する方法である。この方法では加熱に数十秒しかかからない上に真密度に近い、高い密度を得ることができ、製造上のメリットが大きい。

【0057】また、パンチやダイの材質としては、電導部にはカーボンや電導粒子とサイアロンの複合材料などが、非電導材料にはサイロン、サーメット、カーボンなどが挙げられる。電導部にタングステンやモリブデンなどの金属を用いると成形時に磁石体と反応するために好ましくない。

【0058】製造工程としては、粒度調整した混合磁石粉末を上記パンチとダイに充填し、磁界配向した後、圧縮圧力をかけながら直接通電によって、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の再結晶温度近傍の700~780℃に加熱し成形する。

【0059】ホットプレスによる成形においては、加熱成形に時間がかかるが、直接通電と圧縮成形による方法とは異なり、パンチやダイを導電性材料にする必要がないため、パンチやダイの材質の選択の幅が広く、かつ成形に用いる設備も単純であるという利点がある。

【0060】製造工程としては粒度調整した混合磁石粉末を、耐熱性の高い材質のパンチとダイに充填し、磁界配向した後、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の再結晶温度近傍の700~780℃に加熱し圧縮成形する。

【0061】HIPとは熱間静水圧成形のことをいい原料を圧力容器内に封入し、加熱しながら等方的に圧力をかけて成形する方法である。従来の一軸加圧プレスと異なり、等方的に圧力をかけることができるために複雑な形状に対応することができる。

【0062】製造工程としては粒度調整した混合磁石粉末を、目的とする形状の型に充填後磁界配向し、ステンレス薄などで作った耐熱性の容器に真空封入する。これをHIPに装填後Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の再結晶温度近傍の700~780℃に加熱し加圧成形する。

【0063】以上、ホットプレス、直接通電と圧縮圧力による成形法、HIPなどの加温成形においては、必要に応じて低融点の金属などをバインダーとして加えても良いが、磁石粉末と反応して磁気特性が低下する恐れがあるために5重量%以下の極少量が好ましい。

【0064】この発明は、R-T-(M)-B系永久磁石を製造する方法において、水素処理法によって得られた磁氣的異方性を有する磁石粉末を平均粒度10μm~40μmの微粉碎粉と平均粒度75μm~250μmの粗粉碎粉に粉碎後、前記微粉碎粉5~30重量%と粗粉碎粉70~95重量%混合した粉末を用いて、樹脂混合して成形するボンド磁石、ホットプレス、圧縮成形と直接通電による成形法、HIPなどで成形すると低い成形圧力でも磁気特性の高い永久磁石を容易に製造することができる。

【0065】

【実施例】

実施例1

高周波誘導溶解法によって溶製して得られた、表1に示すNo. 1~11の組成の鋳塊を、1100℃、24時

間、Ar雰囲気中で焼鈍して、鋳塊中の正方晶Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物の体積比を90%以上とした。

【0066】この鋳塊をAr雰囲気中(O<sub>2</sub>量0.5%以下)でスタンプミルにて平均粒度200 $\mu$ mに粗粉碎した後、この粗粉碎粉を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2に示す水素不均化処理条件で水素不均化処理を行った。こうして得た水素不均化原料を、引き続き表2に示す脱水素処理条件に従って脱水素処理を行った。排気には、ロータリーポンプを用いた。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料粉末を取り出した。

【0067】得られた原料粉末をArガス雰囲気中(O<sub>2</sub>量0.5%以下)でスタンプミルにて粉碎し、平均粒度25 $\mu$ mの微粉碎粉と平均粒度150 $\mu$ mの粗粉碎粉を得、それぞれ10重量%と90重量%をV型混合器にて混合した。

【0068】次に、この混合粉末にクレゾールノボラック型の樹脂を3wt%混合し1.2MA/mの磁界中で4GPaの圧力を印加して成形、160℃で1時間硬化処理して10mm角の立方体のボンド磁石を得た。BHトレーサーにて磁気特性を測定した結果を表2に示す。

【0069】

【表1】

単位: at%

No.	R			T		M	B
	Nd	Pr		Fe	Co		
1	1.3	11.0	Tb0.7	76.0	3.0	Al0.5, Mo1.0	6.5
2	12.0		Dy0.5	74.0	5.0	Ti1.0, Ni1.0	6.5
3		11.8	Dy0.7	74.5	5.0	V0.5, Ta1.0	6.5
4	10.7	2.0	Dy0.3	75.0	5.0	Cr0.5, In1.0	6.0
5	10.0	2.9	Tb0.1	75.5	5.0	Cu0.5	6.0
6	12.5			63.5	10.0	Nb5.7, Sn1.3	7.0
7	12.5			70.0	10.0	Hf1.0	6.0
8	12.5			70.9	10.0	Ga0.6	6.0
9	12.5			65.5	15.0	Ga0.5, W0.5	6.0
10	10.0	3.0		65.3	15.0	Zr0.7	6.0
11	10.0	3.0		69.9	10.0	Ga1.0, Zr0.1	6.0

【表2】

【0070】



No.	原料 No.	水素不均化条件			脱水条件			残留磁化 Br Tesla	保磁力 H <sub>0</sub> J MA/m	最大エネルギー積 (BH) <sub>max</sub> kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		昇温速度	H <sub>2</sub> 分圧	処理温度、時間	処理温度、時間	絶対圧	雰囲気				
1	1	15℃/min	120kPa	760℃4時間	750℃1時間	10kPa	Ar	0.82	1.21	159	8.05
2	1	15℃/min	150kPa	780℃4時間	750℃1時間	10kPa	Ar	0.82	1.23	158	8.03
3	1	15℃/min	180kPa	780℃4時間	750℃1時間	10kPa	Ar	0.81	1.23	166	8.06
4	1	15℃/min	750kPa	830℃15分	750℃1時間	10kPa	Ar	0.83	1.19	161	8.04
5	2	50℃/min	200kPa	800℃2時間	820℃30分	100kPa	Ar	0.85	1.20	171	8.03
6	3	100℃/min	200kPa	800℃2時間	820℃1時間	1kPa	Ar	0.98	1.25	212	8.03
7	4	200℃/min	180kPa	820℃2時間	830℃1時間	10kPa	Ar	0.96	1.23	214	8.06
8	5	20℃/min	600kPa	850℃1時間	850℃1時間	10kPa	He	0.96	1.23	213	8.04
9	8	50℃/min	120kPa	830℃2時間	840℃30分	100kPa	He	0.94	0.94	211	8.04
10	7	25℃/min	100kPa	840℃1時間	820℃2時間	1kPa	Ar	0.95	0.94	213	8.05
11	7	25℃/min	100kPa	830℃1時間	820℃2時間	1kPa	Ar	0.91	0.95	195	8.06
12	7	25℃/min	100kPa	840℃1時間	820℃2時間	1kPa	Ar	0.93	0.97	205	8.04
13	8	10℃/min	60kPa	865℃2時間	810℃4時間	1kPa	Ar	0.93	0.90	203	8.03
14	9	30℃/min	70kPa	830℃3時間	870℃6時間	50kPa	He	0.93	0.89	212	8.03
15	10	25℃/min	80kPa	820℃3時間	830℃2時間	1kPa	Ar	0.90	0.98	193	8.05
16	11	25℃/min	100kPa	850℃2時間	830℃2時間	1kPa	Ar	0.97	0.96	217	8.05
19	11	25℃/min	90kPa	850℃2時間	830℃1時間	1kPa	Ar	0.95	0.95	211	8.04

## 【0071】実施例2

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の平均粒度200μmの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り出し

た。得られた原料は表3に示す平均粒度にし、表3に示す重量割合で混合した。次に実施例1と同様の方法でボンド磁石とし、その磁気特性をBHトレーサーで測定した。その結果を表3に示す。

## 【0072】

## 【表3】

No.	原料No.	微粉砕粉		粗粉砕粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/μm	重量%	平均粒度/μm	重量%				
20	11	15	8	80	92	0.91	0.95	198	5.95
21	11	15	10	80	80	0.91	0.96	194	5.92
22	11	20	10	80	90	0.92	0.96	201	5.98
23	11	25	10	150	90	0.95	0.96	211	6.04
24	11	25	25	150	75	0.94	0.94	207	6.02
25	11	25	25	200	80	0.94	0.94	210	6.07
26	11	30	25	200	72	0.96	0.94	218	6.10

## 【0073】実施例3

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200μmの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り出した。得られた原料は表4に示す平均粒度にし、表4

に示す重量割合で混合した。

【0074】混合磁石粉末はカーボン製のダイとパンチに充填し2.5MA/mのパルス磁界で配向した。次に750~780℃に加熱保持し、パンチに50MPaの圧力を加え磁石体を製造した。得られた磁石体の磁気特性をBHトレーサーで測定し、表4に示す。

## 【0075】

## 【表4】

No	原料 No.	微粉碎粉		粗粉碎粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH) <sub>max</sub> kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
27	11	15	8	80	92	1.18	0.95	258	7.42
28	11	15	10	80	90	1.20	0.95	269	7.40
29	11	20	10	80	90	1.21	0.96	271	7.45
30	11	25	10	150	90	1.23	0.95	280	7.48
31	11	25	25	150	75	1.22	0.94	281	7.46
32	11	25	25	200	80	1.23	0.95	284	7.48
33	11	30	28	200	72	1.22	0.94	270	7.50

## 【0076】実施例4

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り出した。得られた原料は表5に示す平均粒度にし、表5に示す重量割合で混合した。

【0077】混合磁石粉末はカーボン製のダイと導電性TiN-サイアロン複合材料のパンチに充填し2.5MA/mのパルス磁界で配向した。次に、パンチに30MPaの圧力を加えながら電流密度3.0~3.5MA/m<sup>2</sup>で30secの直接通電を行い750~780℃で圧縮加圧し、磁石体を製造した。得られた磁石体の磁気特性をBHトレーサーで測定し、表5に示す。

## 【0078】

## 【表5】

No	原料 No.	微粉碎粉		粗粉碎粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH) <sub>max</sub> kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
34	11	15	8	80	92	1.18	0.95	262	7.41
35	11	15	10	80	90	1.20	0.95	271	7.38
36	11	20	10	80	90	1.21	0.96	275	7.42
37	11	25	10	150	90	1.23	0.95	284	7.45
38	11	25	25	150	75	1.22	0.94	280	7.45
39	11	25	25	200	80	1.23	0.95	286	7.47
40	11	30	28	200	72	1.22	0.94	278	7.48

## 【0079】実施例5

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り出した。得られた原料は表6に示す平均粒度にし、表6に示す重量割合で混合した。

【0080】混合磁石粉末はステンレス製の缶に充填し、真空引きした後ふたを溶接して密閉し2.5MA/mのパルス磁界で配向した。次に缶をHIP装置の圧力容器に入れ100MPa圧力を加え750~780℃に加熱保持し磁石体を製造した。得られた磁石体の磁気特性をBHトレーサーで測定し、表6に示す。

## 【0081】

## 【表6】

No	原料 No.	微粉砕粉		粗粉砕粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
41	11	15	8	80	92	1.19	0.94	265	7.45
42	11	15	10	80	90	1.21	0.95	273	7.43
43	11	20	10	80	80	1.20	0.95	274	7.47
44	11	25	10	160	90	1.23	0.95	282	7.49
45	11	25	25	160	75	1.23	0.95	281	7.48
46	11	25	25	200	80	1.20	0.96	285	7.50
47	11	30	28	200	72	1.20	0.94	280	7.49

## 【0082】比較例1

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り

出した。得られた原料は表7に示す平均粒度にし、表7に示す重量割合で混合した。次に、実施例1と同様の方法でボンド磁石とし、その磁気特性をBHトレーサーで測定した。その結果を表7に示す。

## 【0083】

## 【表7】

No	原料 No.	微粉砕粉		粗粉砕粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
27	11	-	0	80	100	0.78	0.95	145	5.18
28	11	15	50	80	50	0.68	0.92	111	5.55
29	11	20	80	80	20	0.55	0.88	74	5.32
30	11	70	10	150	90	0.82	0.95	166	5.60

## 【0084】比較例2

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り

出した。得られた原料は表8に示す平均粒度にし、表8に示す重量割合で混合した。次に実施例3と同様の方法で磁石体とし磁気特性をBHトレーサーで測定し、表8に示す。

## 【0085】

## 【表8】

No	原料 No.	微粉砕粉		粗粉砕粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HcJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
27	11	-	0	80	100	1.03	0.95	200	6.43
28	11	15	50	80	50	0.87	0.95	172	6.32
29	11	20	80	80	20	0.79	0.96	143	6.28
30	11	70	10	150	90	1.02	0.96	232	6.48

## 【0086】比較例3

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り

出した。得られた原料は表9に示す平均粒度にし、表9に示す重量割合で混合した。次に実施例4と同様の方法で磁石体とし磁気特性をBHトレーサーで測定し、表9に示す。

## 【0087】

## 【表9】

No	原料 No.	微粉碎粉		粗粉碎粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HoJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
27	11	-	0	80	100	1.02	0.95	210	6.42
28	11	15	50	80	50	0.85	0.94	150	6.30
29	11	20	80	80	20	0.78	0.97	118	6.25
30	11	70	10	150	90	1.03	0.95	218	6.45

## 【0088】比較例4

表1に示すNo. 11の組成を有する組成の、平均粒度200 $\mu$ mの合金粉末を管状炉に入れ、1Pa以下にまで真空排気した。その後、純度99.9999%以上のH<sub>2</sub>ガスを導入しつつ、表2のNo. 19に示す処理条件で水素不均化処理および脱水素処理を行った。冷却後、原料温度が50℃以下となったところで原料を取り

出した。得られた原料は表10に示す平均粒度にし、表10に示す重量割合で混合した。次に実施例5と同様の方法で磁石体とし磁気特性をBHトレーサーで測定し、表10に示す。

## 【0089】

## 【表10】

No	原料 No.	微粉碎粉		粗粉碎粉		残留磁化 Br Tesla	保磁力 HoJ MA/m	最大エネルギー積 (BH)max kJ/m <sup>3</sup>	密度 g/cm <sup>3</sup>
		平均粒度/ $\mu$ m	重量%	平均粒度/ $\mu$ m	重量%				
27	11	-	0	80	100	1.05	0.95	211	6.42
28	11	15	50	80	50	0.87	0.94	163	6.32
29	11	20	80	80	20	0.78	0.96	118	6.28
30	11	70	10	150	90	1.04	0.95	219	6.47

## 【0090】

【発明の効果】この発明は、R-T-(M)-B系永久磁石を製造する方法において、水素処理法によって得られた磁氣的異方性を有する磁石粉末を平均粒度10 $\mu$ m～40 $\mu$ mの微粉碎粉と平均粒度75 $\mu$ m～250 $\mu$ mの粗粉碎粉に粉碎後、前記微粉碎粉と粗粉碎粉をそれぞ

れ5～30重量%と70～95重量%混合した高性能化が可能な異方性永久磁石用原料粉末となし、圧縮成型する際に直接通電を行ったり、ホットプレスやHIPなどの比較的低压による成形において、製造性よく磁石粉末を高密度化して、高い磁気特性の異方性永久磁石を容易に製造することができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**